

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 06-316802

(43)Date of publication of application : 15.11.1994

(51)Int.Cl.

A41G 3/00

A61L 27/00

D01F 1/07

D01F 6/62

D01F 6/84

(21)Application number : 05-104201

(71)Applicant : TEIJIN LTD

(22)Date of filing : 30.04.1993

(72)Inventor : KITAWAKI HIDEAKI
KURODA TOSHIMASA

(54) ARTIFICIAL HAIR

(57)Abstract:

PURPOSE: To provide artificial hairs which are made of polyester monofilaments having luster similar to natural hairs, excellent flame retardancy and causing no fluffing and physics characteristics deterioration in filament formation.

CONSTITUTION: This artificial hairs are made of polyester monofilaments having fine pares on their surfaces and a phosphorus compound is sequentially added to the polyester so that the polyester molecular chains include the phosphorus compound where the content of the phosphorus is 0.6 to 1.0wt.% based on the polyester matrix.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19)日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平6-316802

(43)公開日 平成6年(1994)11月15日

(51)Int.Cl. ⁵	識別記号	庁内整理番号	FI	技術表示箇所
A 4 1 G 3/00	A	2119-3B		
A 6 1 L 27/00	C	7252-4C		
D 0 1 F 1/07		7199-3B		
6/62	3 0 2 E	7199-3B		
		7199-3B	D 0 6 M 5/ 02	

審査請求 未請求 請求項の数 1 O L (全 5 頁) 最終頁に続く

(21)出願番号 特願平5-104201

(22)出願日 平成5年(1993)4月30日

(71)出願人 000003001

帝人株式会社

大阪府大阪市中央区南本町1丁目6番7号

(72)発明者 北脇 秀亮

大阪府茨木市耳原3丁目4番1号 帝人株式会社大阪研究センター内

(72)発明者 黒田 俊正

大阪府茨木市耳原3丁目4番1号 帝人株式会社大阪研究センター内

(74)代理人 弁理士 前田 純博

(54)【発明の名称】 人工毛髪

(57)【要約】

【目的】天然毛髪に類似の光沢を有し、かつ難燃性に優れており、紡糸時の毛羽発生や物性低下のないポリエステルモノフィラメントからなる人工毛髪を提供すること。

【構成】表面に微細孔を有するポリエステルモノフィラメントからなる人工毛髪であって、リン化合物を逐次添加することにより該ポリエステルモノフィラメントを構成するポリエステルの分子鎖中にリン化合物が含有されてなり、リンの含有量がポリエステルマトリックスに対して0.6～1.0重量%である。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 表面に微細孔を有するポリエステルモノフィラメントからなる人工毛髪であって、リン化合物を逐次添加することにより該ポリエステルモノフィラメントを構成するポリエステルの分子鎖中にリン化合物が含有されてなり、リンの含有量がポリエステルマトリックスに対して0.6～1.0重量%であることを特徴とする人工毛髪。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は人工毛髪に関し、さらに詳しくは人毛の如き光沢を有し、かつ難燃性を有するポリエステルモノフィラメントからなる人工毛髪に関する。

【0002】

【従来の技術】従来より、かつらあるいはヘアウィッグ用の人工毛髪として種々の合成繊維が用いられているが、強度、光沢あるいは難燃性などの点で十分に満足できるものは未だ得られていない。例えばポリエステルは、屈折率が高いために光の反射が強く、不自然な光沢しか示さない上可燃性であり、ひとたび着火すると燃えてしまうという欠点を有している。

【0003】このような欠点を改良するため、例えば特開平3-27105号公報には、リン化合物を共重合したポリエステルモノフィラメントからなる耐燃性の人工毛髪が開示されているが、該人工毛髪は、ポリエステルの分子鎖中に多量のリン化合物を含有するため、モノフィラメントを紡糸する際に毛羽や断糸が発生したり、紡糸後のモノフィラメントの物性が著しく低下するという問題を有していた。

【0004】一方、本出願人は、特開昭63-211311号公報において、リン化合物とアルカリ土類金属化合物を反応系内部で不活性微粒子として析出させ、微細孔を形成させたポリエステルモノフィラメントからなる人工毛髪を開示した。該人工毛髪は確かに光沢は改良されているものの、リン化合物がポリエステルの主鎖とは結合していないため、難燃効果はほとんど付与されないという問題を有していた。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、上記従来技術の有する問題点を解消し、天然毛髪に類似の光沢を有し、かつ難燃性に優れており、紡糸時の毛羽発生や物性低下のないポリエステルモノフィラメントからなる人工毛髪を提供することにある。

【0006】

【課題を解決するための手段】本発明者らは上記目的を達成するために鋭意検討した結果、微細孔形成剤であるリン化合物を逐次添加し、該リン化合物の一部をエステル反応生成物と反応させることにより、該リン化合物がポリエステルの分子鎖中に含有され、格段の難燃性向上

効果が発現することを究明した。

【0007】かくして本発明によれば、表面に微細孔を有するポリエステルモノフィラメントからなる人工毛髪であって、リン化合物を逐次添加することにより該ポリエステルモノフィラメントを構成するポリエステルの分子鎖中にリン化合物が含有されてなり、リンの含有量がポリエステルマトリックスに対して0.6～1.0重量%であることを特徴とする人工毛髪が提供される。

【0008】以下、本発明を詳細に説明する。本発明で用いるポリエステルはテレフタル酸を主たる酸成分とし、アルキレングリコールを主たるグリコール成分とするポリエステルである。

【0009】また、テレフタル酸成分の一部を他の二官能性カルボン酸成分で置き換えたポリエステルであってもよく、グリコール成分の一部を他のグリコール成分で置き換えたポリエステルであってもよい。

【0010】かかるポリエステルは任意の方法によって合成したものでよい。例えばポリエチレンテレフタレートについて説明すれば、テレフタル酸とエチレングリコールとを直接エステル化反応させるか、テレフタル酸ジメチルの如きテレフタル酸の低級アルキルエステルとエチレングリコールとをエステル交換反応させるか、あるいはテレフタル酸とエチレンオキサイドとを反応させてテレフタル酸のグリコールエステル及び／またはその低分子量重合体を生成させる第1段階の反応と第1段階の反応生成物を減圧下加熱して所望の重合度になるまで重縮合反応させる第2段階の反応とによって製造される。

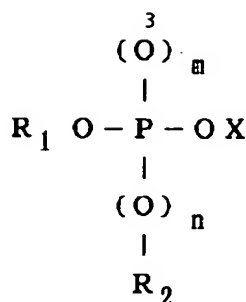
【0011】本発明に使用するポリエステルモノフィラメントは、微細孔形成剤を含有しており、アルカリ減量処理等によって繊維の表面または表面と内部に微細孔を形成していることが必要である。

【0012】かかる微細孔形成剤は、染色後のポリエステルモノフィラメントに天然毛髪用風合、吸湿性、吸水性、色の深みや鮮明性等の機能を付与できるものであれば特に限定する必要はないが、なかでも微細孔形成剤が金属を含有するリン化合物であれば本発明の効果が顕著に奏せられるので好ましい。

【0013】上記微細孔形成剤の中で、本発明の目的を達成するため特に好ましいものとしては、(a)下記一般式(1)で表されるリン化合物および(b)アルカリ土類金属化合物を、(a)および(b)を予め反応させることなく且つ(a)と(b)の金属の当量数の合計量が(a)のリン化合物のモル数に対して2.0～3.2倍となるように添加したものがあげられる。

【0014】

【化1】

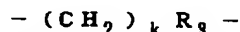


(式中、 R_1 および R_2 は水素原子又は1価の有機基、 X は水素原子、1価の有機基または金属、 m および n は0または1を表わす。)

【0015】1価の有機基とは、具体的にはアルキル基、アリール基、アラルキル基または下記式(2)で表わされる化合物が例示され、 R_1 および R_2 は同じでも異なっているも良い。

【0016】

【化2】



(式中、 R_3 は水素原子、アルキル基、アリール基またはアラルキル基、 k は1以上の整数を表わす。)

【0017】また、金属としてはアルカリ金属やアルカリ土類金属が例示され、なかでも Li 、 Na 、 K 、 $\text{Hg}_{1/2}$ 、 $\text{Ca}_{1/2}$ が特に好ましい。

【0018】かかるリン化合物としては、例えば正リン酸、リン酸トリメチルの如きリン酸トリエステル、メチルアシドホスフェートの如きリン酸モノおよびジエステル、亜リン酸トリメチルの如き亜リン酸トリエステル、メチルアシドホスファイトの如き亜リン酸モノおよびジエステル、上記リン化合物をグリコールおよび/または水と反応することにより得られるリン化合物、更に上記の化合物を所定量の Li 、 Na 、 K の如きアルカリ金属の化合物、または Hg 、 Ca の如きアルカリ土類金属の化合物と反応せしめることにより得られるリン化合物等から選ばれた1種以上のリン化合物を用いることができる。

【0019】上記リン化合物と併用するアルカリ土類金属化合物としては、上記リン化合物と反応してポリエステルに不溶性の塩を形成するものであれば特に制限はなく、アルカリ土類金属の酢酸塩、しゅう酸塩、安息香酸塩の如き有機カルボン酸塩、硼酸塩、硫酸塩の如き無機酸塩、塩化物のようなハロゲン化物、エチレンジアミン4酢酸錯塩の如きキレート化合物、水酸化物、酸化物、メチラート、エチラート等のアルコラート類、フェノラート等をあげることができる。

【0020】特に、エチレングリコールに可溶性である有機カルボン酸塩、ハロゲン化物、キレート化合物、アルコラートが好ましく、有機カルボン酸塩が特に好ましい。上記のアルカリ土類化合物は1種のみ単独で使用しても2種以上併用してもよい。

4

【0021】さらに、本発明に使用するポリエステルモノフィラメントは、上記リン化合物の一部を分子鎖中に含むことが必要である。リンの含有量は、ポリエステルに対する重量比率が0.6~1.0%が好ましく、0.6%未満の場合には難燃性を付与することができず、一方1.0%を超える場合には紡糸性や物性が低下する。

【0022】リン化合物(a)は、少なくとも2段階で逐次添加することが必要であり、第1段階の添加は、前述のテレフタル酸のグリコールエステル及び/またはその低分子量重合体を生成させる第1段階の反応と第1段階の反応生成物を重縮合反応させる第2段階の反応との間で行ない、該グリコールエステル及び/またはその低分子量重合体と反応させることが必要である。

【0023】また、アルカリ土類金属化合物(b)は、ポリエステルと(a)との反応を、(a)と(b)との反応より優先させるために、第2段階以降に添加することが必要である。

【0024】リン化合物(a)とアルカリ土類金属化合物(b)とを同時添加した場合には、(a)と(b)との反応が優先し、リン化合物の分子鎖中への含有量が低下する。

【0025】該微細孔形成剤含有ポリエステルの溶融紡糸するに際しては、通常のポリエステル繊維の溶融紡糸法が任意に採用できる。また、延伸は必要に応じて行われるが、例えばホットローラーやホットピンを用いて加熱延伸し、プレートヒーターで熱セットすればよい。その際、延伸倍率は延伸糸の残留伸度が30~50%となるような倍率を選定することが好ましい。

【0026】ポリエステル繊維の断面形状は任意の形状を採用すればよいが、発色性を高めるためには丸断面、天然光沢を加味したい場合は多角断面を選べばよい。

【0027】単糸繊度は20~80デニールが好ましい。特に天然毛髪に近づけるには3~5種類の単糸繊度のものを混合して用いるとよい。

【0028】本発明に使用するポリエステルモノフィラメントには必要に応じて任意の添加剤、例えば着色防止剤、耐熱剤、蛍光増白剤、艶消剤、着色剤等が含まれてもよい。

【0029】かくして得られたポリエステルモノフィラメントは、アルカリ減量処理され、微細孔が形成される。減量に使用されるアルカリ化合物としては水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、テトラメチルアンモニウムハイドロオキシド等があげられる。減量量は繊維重量に対して2~40%が好ましい。

【0030】アルカリ減量処理により得られる微細孔の大きさは、該微細孔の度数分布において最大頻度を有する値が、繊維軸と直交する方向の幅が0.1~0.5 μm 、繊維軸方向の長さが0.5~5 μm 、繊維軸に向かう深さが0.1~0.3 μm の範囲が好ましい。微細孔の大きさが大きくなりすぎると光の散乱を起こし、色調

がバステル化する。

【0031】微細孔の形状を変化させるにはポリエステル、微細孔形成剤、紡糸速度、延伸倍率、アルカリ減量率等の条件を変更すれば良い。

【0032】減量処理されたモノフィラメントは次いで染色される。使用する染料は分散染料で高堅牢度タイプのものが好ましい。具体的には分子量が250～350程度のいわゆるハードタイプの染料を使用することが好ましい。この際均染性を向上させるために染色助剤を用いてもよい。なお、染色はアルカリ減量前に実施してもよい。

【0033】

【作用】本発明では、リン化合物を逐次添加し、ポリエステルの分子鎖に結合させることにより、ポリエステルの難燃性を大きく向上させることが可能となる。

【0034】その理由の詳細は不明であるが、第1段の添加をテレフタル酸のグリコールエステル及び／またはその低分子量重合体が生成した直後に行ない、該グリコールエステル及び／またはその低分子量重合体と反応させることにより、リン化合物の一部がポリエステル分子の主鎖に結合し、ラジカル発生を抑制する効果が增大するためであろうと推定される。

【0035】このような現象は、リン化合物が反応系中に独立して存在する場合にはみられず、リン化合物の一部あるいは全部がポリエステルの分子鎖と結合してはじめてその効果が奏せられる。

【0036】しかも、該リン化合物はアルカリ土類金属化合物と反応してポリエステルに不溶性の塩を形成した場合には、本来の機能である微細孔形成剤として作用することも可能であるため、微細孔による光沢の改良と難燃性付与が両立できるのである。

【0037】以下、実施例を挙げて本発明をさらに具体的に説明する。なお、実施例における各物性は下記の方法で測定したものである。

【0038】(1) 光沢

光沢は視感判定を行ない、○(天然毛髪に近いマイルドな光沢)、×(あだ光りする人工的な光沢)、△(○と×の中間の光沢)の3段階で判定した。

【0039】(2) 限界酸素指数

試料を針金でできたコイル状支持台で支え、45°の角度に保った状態で試料の下端に着火した時、50mmの長さが燃焼するに要する最小の酸素濃度を限界酸素指数とした。25.0以上の限界酸素指数であれば、実用上十分な難燃性を有していると言える。

【0040】(3) 紡糸調子

3時間の連続運転を行ない、断糸が1回も起こらない場合を○、1～3回の断糸が発生する場合を△、4回以上の場合を×とした。

【0041】

【実施例1～2および比較例1～2】ジメチルテレフタレート100部、エチレングリコール69部、酢酸カルシウム1水塩0.06部をエステル交換缶に仕込み、窒素ガス雰囲気下で4時間かけて140℃から230℃まで昇温して生成するグリコールを系外に留出させながらエステル交換反応を行なった。

【0042】得られた生成物にトリメチルホスフェート及びモノメチルホスフェートを表1に示したリン含有量になるように添加した後、250℃で反応させた。

【0043】続いて、0.5部のトリメチルホスフェートと0.3部の酢酸カルシウム1水塩とを8.5部のエチレングリコール中で、全還流下120℃で60分間反応せしめて得たリン酸ジエステルカルシウム塩の溶液に0.57部の酢酸カルシウム1水塩を溶解させ、三酸化アンチモン0.04部と共に重合缶に移した。

【0044】次いで、1時間かけて760mmHgから31mmHgまで減圧し、同時に1時間30分かけて230℃から285℃まで昇温した。1mmHg以下の減圧下、重合温度285℃で更に3時間重合した。

【0045】次いで、得られたポリマーを常法に従って紡糸延伸し、40デニールのポリエステルモノフィラメントを得た。該モノフィラメントを、減量率が15%となるように3.5%の苛性ソーダ水溶液で沸騰温度にて処理した。

【0046】続いて、上記モノフィラメントを分散染料(三菱化成工業(株)製、Dianix Black HG-FS)15%owf、Disper VG0.5g/l、酢酸0.3g/lを含む染色液を用いて、浴比1:50、130℃で60分間染色した後、水酸化ナトリウム2g/l、ハイドロサルファイト1g/lを含む水溶液にて80℃、20分間還元洗浄を行なった。得られた人工毛髪の物性を表1に示す。

【0047】

【比較例3】実施例1において、エステル交換反応生成物にトリメチルホスフェート及びモノメチルホスフェートを添加し、反応させなかった以外は実施例1と同様に実施した。得られた人工毛髪の物性を表1に示す。

【0048】

【表1】

	リン含有量 (%)	光沢	限界酸素指数 (%)	紡糸性
比較例1	0.5	○	22.0	○
実施例1	0.6	○	25.0	○
実施例2	1.0	○	27.5	○
比較例2	1.5	△	28.0	△
比較例3	0	○	20.5	○

【0049】表1から明らかなように、リン化合物を逐次添加しなかった場合（比較例3）およびリン化合物のポリエステル分子鎖中の含有量が少ない場合（比較例1）には難燃性が不足し、一方、リン化合物の含有量が多すぎる場合（比較例2）は紡糸性が低下する。

【0050】これに対して、本発明の人工毛髪（実施例1および2）は天然毛髪に類似した光沢と良好な難燃性*

＊を有している。

【0051】

【発明の効果】本発明によれば、機械的強度が優れ、天然毛髪に類似した光沢を有し、しかも難燃性の良好なポリエステルモノフィラメントからなる人工毛髪が提供される。

フロントページの続き

(51)Int.Cl.⁵

D01F 6/84

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

306 A 7199-3B

BEST AVAILABLE COPY